

First Hit☐ Generate Collection

L26: Entry 3 of 8

File: EPAB

Jun 30, 1994

PUB-NO: DE004243410A1

DOCUMENT-IDENTIFIER: DE 4243410 A1

TITLE: Prodn. of thin film with resistance

PUBN-DATE: June 30, 1994

## INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

HUCK, RALF DR

DE

## ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

MANNESMANN AG

DE

APPL-NO: DE04243410

APPL-DATE: December 17, 1992

PRIORITY-DATA: DE04243410A (December 17, 1992)

INT-CL (IPC): H01C 17/06; H01C 13/00; C04B 41/88; C23C 14/14; C23F 4/00

EUR-CL (EPC): C03C017/36; C23C014/18, G01P005/12 , H01C001/034 , H01C007/00 ,  
C23C014/02 , G01F001/692

## ABSTRACT:

CHG DATE=19990617 STATUS=O>Prodn. of thin film with resistance in which an electrically insulating material of small specific heat capacity acts as substrate material, on which a metal film, pref. Pt is applied and the lateral electric resistance produced is structured by erosive post processing and trimmed and the metal film is passivated in a final step. The novelty is that glass is used as substrate material that is provided with an adhesion promoter layer of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, which is thinner than the metal film, before applying the metal film. The metal film is applied by vaporising and structured by sputtering. Finally only the metal film is provided with a protective layer of SiO<sub>x</sub>. In an alternative prodn. method, ceramic is used as substrate material. The metal film is directly applied to the substrate material by vaporising and structured by sputter etching. Also claimed is the thin film resistance produced. The stoichiometric index of the SiO<sub>x</sub> protective layer is 1.9 or less. Application of the adhesion promoter layer and the protective layer is carried out using a thin film technique.



19 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift  
10 DE 42 43 410 A 1

51 Int. Cl.<sup>5</sup>:  
H 01 C 17/06  
H 01 C 13/00  
C 04 B 41/88  
C 23 C 14/14  
C 23 F 4/00  
// H 01 C 17/24, 17/08,  
G 01 F 1/68

21 Aktenzeichen: P 42 43 410.6  
22 Anmeldetag: 17. 12. 92  
43 Offenlegungstag: 30. 6. 94

DE 42 43 410 A 1

71 Anmelder:  
Mannesmann AG, 40213 Düsseldorf, DE

74 Vertreter:  
Meissner, P., Dipl.-Ing.; Presting, H., Dipl.-Ing.,  
Pat.-Anwälte, 14199 Berlin

72 Erfinder:  
Huck, Ralf, Dr., 6450 Hanau, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

54 Dünnschichtwiderstand sowie Verfahren zur Herstellung desselben

57 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Dünnschichtwiderstandes, wobei als Substratmaterial ein elektrisch isolierender Werkstoff mit kleiner spezifischer Wärmekapazität dient, auf welchem ein Metallfilm, vorzugsweise Platin, aufgebracht und der zu erreichende laterale elektrische Widerstand anschließend durch erosive Nachbearbeitung strukturiert und getrimmt wird und der Metallfilm in einem letzten Verfahrensschritt passiviert wird. Damit das Widerstandselement noch schneller auf Temperaturänderungen reagiert, die Deckschicht eine extrem gute Korrosionsbeständigkeit hat und der gesamte Aufbau einfach herzustellen ist, wird erfindungsgemäß vorgeschlagen, daß als Substratmaterial Glas verwendet wird, welches vor Aufbringung des Metallfilmes mit einer Haftvermittlerschicht aus  $Al_2O_3$  die wesentlich dünner als der Metallfilm ist, versehen wird, daß der Metallfilm anschließend durch Aufdampfen aufgebracht und durch Sputterätzen strukturiert wird, und daß anschließend der Metallfilm lediglich mit einer Schutzschicht aus  $SiO_x$  versehen wird.

DE 42 43 410 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Dünnschichtwiderstandes sowie ein Dünnschichtwiderstand selbst gemäß Oberbegriff der Patentansprüche 1, 2 sowie 5 und 6.

Zum Aufbau eines sogenannten Heißfilmanemometers wird eine aus zwei Dünnschichtwiderständen bestehende Anordnung gewählt, wobei eines als Widerstandselement und das andere als Temperaturfühler arbeitet. Diese Widerstände bestehen jeweils aus einem dünnen strukturierten Metallfilm, welcher auf einem schlecht wärmeleitenden, d. h. mit kleiner spezifischer Wärmekapazität charakterisiertem Substrat aufgebracht ist. Das Substrat besteht oftmals aus Glas, in manchen Fällen auch aus dünner Keramik. Die Problematik bei der Verwendung von Keramik besteht darin, die Oberflächenbeschaffenheit der Keramik so zu gestalten, daß überhaupt Metallfilme im Bereich von einem oder wenigen Mikrometern homogen aufgebracht werden können. Dies ist oftmals nicht gegeben. Der Metallfilm, welcher das eigentliche Widerstandselement bildet, besteht in der Regel aus Platin. Der aufgebrachte Metallfilm muß jedoch entsprechend bearbeitet bzw. strukturiert werden. Diese Nachbearbeitung erfolgt auf erosive, d. h. abtragende Weise, wobei zum einen der Filmwiderstand zunächst strukturiert und dann getrimmt wird. Aus der DE-PS 38 43 746 ist es bekannt, den Metallfilm in Mäanderform zu strukturieren. Je nach Einsatzfall solcher Widerstandselemente in Heißfilmanemometern ist neben der elektrischen sowie thermischen Eigenschaft eine entsprechende Resistenz gegenüber dem zu messenden Prozeßmedium zu erreichen. Hierzu sind üblicherweise Oxid- oder Nitridfilme zur Passivierung vorgesehen. Letztere wird üblicherweise — ggf. mit Plasmaunterstützung — aus der Gasphase abgeschieden.

Ausgehend von diesem Stand der Technik liegt der Erfindung daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung eines Dünnschichtwiderstandes sowie ein Dünnschichtwiderstand der gattungsgemäßen Art derart weiterzubilden, daß das Widerstandselement noch schneller auf Temperaturänderungen reagiert, die Deckschicht eine extrem gute Korrosionsbeständigkeit hat und der gesamte Aufbau einfach herzustellen ist.

Die gestellte Aufgabe wird bei einem Verfahren zur Herstellung eines Dünnschichtwiderstandes sowie bei einem Dünnschichtwiderstand der gattungsgemäßen Art erfindungsgemäß durch die kennzeichnenden Merkmale der Patentansprüche 1, 2, 5 und 6 gelöst.

Die erfindungsgemäß vorgegebenen Verfahren nach den Ansprüchen 1 und 2 enthalten alternativ die Verwendung des Substratmaterials Glas oder Keramik. Danach richtet sich, ob eine Haftvermittlerschicht vorgesehen werden muß oder nicht. Für den Fall, daß das Substratmaterial aus Keramik, vorzugsweise aus  $Al_2O_3$ -Keramik besteht, kann bei entsprechender Oberflächenbeschaffenheit natürlich auf die Haftvermittlerschicht gänzlich verzichtet werden. Der Metallfilm kann hier direkt aufgetragen werden. Vorteilhaft ist insgesamt bei beiden Alternativen, daß der Metallfilm durch Aufdampfen aufgebracht und durch Sputterätzen strukturiert wird. Hierdurch entsteht ein Metallfilm der hinsichtlich der Filmdicke extrem homogen ist. Durch die Strukturierung durch Sputterätzen, statt der sonst üblichen Laserbearbeitung, wird auch im Verfahrensschritt der Strukturierung des Metallfilmes die Homogenität erhalten. Bei den sonst üblichen lokal thermi-

schen Verfahren der erosiven Nachbearbeitung, die üblicherweise mit dem Laser vorgenommen werden, entstehen Aufwürfe auf dem Metallfilm, die u. U. dicker als der Metallfilm selbst sein können. Solche Aufwürfe sind dagegen durch das erfindungsgemäß vorgegebene Verfahren vollständig vermieden, indem man hier bei der Aufbringung des Metallfilms auf die Aufdampftechnik zurückgreift und die Strukturierung über Sputterätzen vornimmt. Die Sputterätzung erfolgt dabei im wesentlichen durch die klassische Trockenätzung im Plasma. Die Abdeckung dieser Metallfilmschicht kann aufgrund der erreichten und selbst nach Strukturierung bzw. nach Bearbeitung des Metallfilmes beibehaltenen Homogenität direkt mit einer Schutzschicht aus Siliziumdioxid  $SiO_2$  versehen werden. Das heißt, das Feintrimmen mit einem Laser ist nicht erforderlich und kann vor der Beschichtung entfallen. Es hat sich gezeigt, daß speziell  $SiO_2$  eine extrem gute Beständigkeit gegenüber Feuchtigkeit aufweist, wobei das  $x$  etwa zwischen 1,0 und 1,9 liegen sollte. In diesem Fall besitzt die Schicht bei einer Dicke von 2 Mikrometer eine hellgelbe bis braune Färbung. Höherstöchiometrische Schichten mit einem  $x$  größer 1,9 sind durchsichtiger und haben eine schlechtere Feuchtigkeitsbeständigkeit.

Eine noch weitaus höhere Korrosionsbeständigkeit gegenüber aggressiven Prozeßmedien wird dann erreicht, wenn die Aufbringung der Schutzschicht in den drei Schritten 1. Beschichten, 2. Waschen, 3. Beschichten erfolgt. Die Aufbringung der Schutzschicht nach diesen Verfahrensschritten ergibt eine extrem korrosionsbeständige Schutzschicht. Dieser Effekt kann wie folgt begründet werden. Trotz größter Sorgfalt kann vor Aufbringung der Schutzschicht der Metallfilm mit Schmutzpartikeln behaftet sein. Diese haben in Relation zu den hierbei verwendeten dünnen Schichtdicken natürlich eine erhebliche Abmessung und eine geringe Haftung auf dem Substratmaterial. Bei der Beschichtung eines solchen Metallfilmes entstehen dann in der Regel sogenannte Pinholes, d. h. die Schmutzpartikel werden mitbeschichtet, wobei die Beschichtung im Bereich der Schmutzpartikel aufgrund der schlechten Haftung zur Unterlage aufbrechen kann. Es ist auch nicht ratsam, den Metallfilm vor der ersten Beschichtung zu waschen, was ja naheliegend wäre. Dies muß aus beschichtungs-technischen Gründen sowie aus physikalischen Gründen vermieden werden, um die Beschaffenheit des dünnen Metallfilmes nicht zu ändern. Vielmehr ist bei den auf die Beschichtung folgenden Prozeßschritten darauf zu achten, daß keine unnötigen Schmutzpartikel in den Prozeß gelangen. Beim erfindungsgemäß vorgegebenen ersten Beschichtungsschritt werden zwar ggf. Schmutzpartikel bedeckt jedoch erfolgt dann in einem zweiten Verfahrensschritt ein Waschen der beschichteten Oberfläche, so daß weitere Schmutzpartikel nahezu ausgeschaltet werden. Der Waschprozeß ist hierbei so zu führen, daß die im ersten Beschichtungsschritt überdeckten, schlecht haftenden Schmutzpartikel wieder abplatzen. Hierfür kann z. B. ein Ultraschallbad gewählt werden. Als besonders vorteilhaft hat sich jedoch das Waschen mit einer Bürste herausgestellt. Hierbei wird die Haftfestigkeit des Metallfilmes am wenigsten beeinflusst. In einem letzten Verfahrensschritt erfolgt dann erneut eine Beschichtung. Damit ist nun erreicht, daß keine vom Metallfilm bis durch die letztendlich im letzten Verfahrensschritt aufgetragene Schicht Pinholes durchbrechen können. Dies könnte nur in dem Fall eintreten, daß ein erstes Schmutzpartikel vor dem ersten Beschichten und ein zweites Schmutzpartikel an der gleichen Stelle vor

dem letzten Beschichtungsschritt übereinanderlügen. Da die Wahrscheinlichkeit hierfür verschwindend ist, hat man somit den Effekt der Pinholes ausgeschaltet. Die Praxis zeigt, daß dies in der Tat der Fall ist.

Die beste Korrosionsbeständigkeit gegenüber aggressiven Prozeßmedien wird dann erreicht, wenn die Aufbringung der Schutzschicht wie oben beschrieben in drei Schritten erfolgt, wobei die erste Beschichtung sofort im Anschluß an die Aufbringung des Metallfilmes erfolgt; d. h. ohne daß die Metallschichten aus dem Vakuum ausgebaut werden. Selbstverständlich wird für diese Art der Beschichtung eine Anlage mit zwei Verdampferquellen benötigt. Dann werden Metallschicht und Passivierung durch Sputterätzen strukturiert und gewaschen. Anschließend erfolgt die zweite Beschichtung. Die gute Korrosionsbeständigkeit kann wie folgt begründet werden. Zwischen Metallschicht und Passivierung können nun keinerlei die Haftung beeinflussen Verunreinigungen auftreten. Die zweite Beschichtung dient lediglich zur Abdeckung der beim Sputterätzen freigelegten Kanten der Metallisierung.

Die Dicken der aufgetragenen Schichten bei der gesamten Dünnschichtanordnung, ist dimensionsmäßig aufeinander abgestimmt. Wird als Substratmaterial Glas verwendet, so ist die auf das Glas aufgetragene Haftvermittlerschicht aus  $Al_2O_3$  von einer Dicke  $d_h$ , die kleiner als 5% der Metallfilmdicke  $d_f$  ist. Hierdurch werden sehr gute Temperaturkoeffizienten erreicht, die möglichst hoch zu halten sind. Durch die Begrenzung der Schichtdicke des Haftvermittlers kann sichergestellt werden, daß es aufgrund der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten nicht zu Platzen bei Temperaturänderungen kommt. Die Wahl der Schutzschichtdicke  $d_s$  von mindestens 300% der Metallfilmdicke  $d_f$  ergab sich nach langwierigen Versuchen aus der Maßgabe, den Metallfilm direkt mit einer passivierenden Schutzschicht zu versehen. Dabei ist der o. g. Effekt der Ausschaltung der Pinholes mitberücksichtigt.

Der Dünnschichtwiderstand ist in seinen Ausgestaltungsmöglichkeiten in der Zeichnung dargestellt und im nachfolgenden näher beschrieben. Es zeigt:

Fig. 1 eine Draufsicht auf den Dünnschichtwiderstand und

Fig. 2 eine Frontalansicht zur Fig. 1.

Fig. 1 zeigt in Draufsicht den erfindungsgemäß hergestellten Dünnschichtwiderstand. Auf dem Substrat 5 ist eine entsprechend strukturierte Platinfläche bzw. ein Platinfilm aufgebracht. Die schraffierten Flächen sind platinfrei, d. h. dort scheint die Substratoberfläche durch. Der eigentliche Meßwiderstand besteht aus einem mäanderröhrig strukturierten Platinfilmausschnitt 3. Dieser geht elektrisch leitend in die Platinfilmausschnitte 1 und 2 über, die als Anschlußflächen dienen. Der eigentliche Mäanderröhrabschnitt 3 ist von den Anschlußflächen 1 und 2 über die Isolationsabschnitte isoliert. D. h. im Bereich der Isolationsabschnitte 6 und 7 ist die Substratoberfläche auch wieder platinfrei. Bei der Verwendung des Materials Glas als Substrat 5 wird in einem ersten Schritt der Haftvermittler aufgebracht. Im darauffolgenden Schritt erfolgt die Aufdampfung der Platinfilmschicht, die anschließend entsprechend nachbearbeitet wird, um die dargestellte Strukturierung zu erhalten. Die aufgetragene Deck- bzw. Schutzschicht ist im letzten Verfahrensschritt nicht ganzflächig auf den Filmwiderstand aufgebracht, sondern nur im Bereich zwischen den eingezeichneten Linien 8 und 9. Dies kann z. B. durch nachträgliches Abdecken mit einem Fotoempfindlichen Lack und partielles, chemisches Heraus-

ätzen der nicht abgedeckten Stellen geschehen. Es ist jedoch einfacher und vor allem preiswerter in der Herstellung, wenn die nicht zu beschichtenden Stellen mit einer Maske abgedeckt werden. Die Anschlußflächen 1 und 2 bleiben somit zur Kontaktierung frei.

Für den Fall, daß Metallschicht und Beschichtung in einem Arbeitsschritt aufgebracht werden, hat sich eine Kombination aus beiden Techniken als vorteilhaft erwiesen. Die erste Beschichtung wird dünner als die zweite Beschichtung gewählt (ca. 1 : 2). Die zweite Beschichtung wird durch eine Blende aufgedampft und in einem Arbeitsgang mit einer zusätzlichen Schutzschicht aus  $Al_2O_3$  versehen. Jetzt lassen sich auf einfache Weise die Anschlußflächen 1 und 2 wieder chemisch freilegen, da die zweite Beschichtung ja durch die  $Al_2O_3$ -Schutzschicht vor dem Angriff des Ätzmediums geschützt werden.

Alternativ hierzu kann das Substrat 5 auch aus Keramik bestehen. Dabei entfällt natürlich die Haftvermittlerschicht, wobei zweckmäßigerweise das keramische Substratmaterial  $Al_2O_3$  gewählt ist. Hierauf kann die Platinwiderstandsschicht 3, 1, 2 direkt aufgebracht werden. Nach Aufdampfen des Platinfilmes erfolgt dann die entsprechend dargestellte Strukturierung in der vorgegebenen Weise und eine anschließende Bedeckung mit einer Deck- bzw. Schutzschicht, welche sich zwischen den Linien 8 und 9 erstreckt und die Anschlußflächen 1 und 2 frei läßt.

Fig. 2 zeigt eine Frontalansicht des Dünnschichtwiderstandes. Hierbei ist wiederum das Substrat 5 als Träger zu erkennen mit dem dort aufgetragenen anschließend mäanderröhrig strukturierten Meßwiderstand 3, welcher von der Passivierungsschutzschicht 12 bedeckt ist. Diese als Passivierung gegen aggressive Prozeßmedien benannte Schutzschicht 12 erstreckt sich zwischen den in Fig. 1 dargestellten Linien 8 und 9.

Ein besonders gutes Ergebnis ergibt sich aus folgender Dickendimensionierung des Schichtaufbaues. Bei einer Platinfilmdicke von 1,2 Mikrometer erweist sich bei der Verwendung von Glas als Substratmaterial eine Haftvermittlerschicht von 0,02 Mikrometer  $Al_2O_3$  als wirkungsvoll. Da, wie bereits erwähnt, die Platinsschicht aufgedampft und anschließend durch Sputterätzen strukturiert ist, kann man die Schutzschicht direkt, d. h. ohne Zwischenschicht aufbringen. Die Schutzschicht ist hierbei bis etwa 2 Mikrometer  $SiO_x$  gewählt. Die letztendliche Beschichtung mit der Schutzschicht erfolgt dabei in der sogenannten Dünnschichttechnik. Dünnschichttechnik bedeutet hierbei, daß dieser Verfahrensschritt mit Hilfe einer Verdampferquelle im Vakuum durchgeführt wird.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Dünnschichtwiderstandes, wobei als Substratmaterial ein elektrisch isolierender Werkstoff mit kleiner spezifischer Wärmekapazität dient, auf welchem ein Metallfilm, vorzugsweise Platin, aufgebracht und der zu erreichende laterale elektrische Widerstand anschließend durch erosive Nachbearbeitung strukturiert und getrimmt wird und der Metallfilm in einem letzten Verfahrensschritt passiviert wird, dadurch gekennzeichnet, daß als Substratmaterial Glas verwendet wird, welches vor Aufbringung des Metallfilms mit einer Haftvermittlerschicht aus  $Al_2O_3$  die wesentlich dünner als der Metallfilm ist, versehen wird, daß der Metallfilm anschließend

durch Aufdampfen aufgebracht und durch Sputterätzen strukturiert wird, und daß anschließend der Metallfilm lediglich mit einer Schutzschicht aus  $\text{SiO}_x$  versehen wird.

2. Verfahren zur Herstellung eines Dünnschichtwiderstandes, wobei als Substratmaterial ein elektrisch isolierender Werkstoff mit kleiner spezifischer Wärmekapazität dient, auf welchem ein Metallfilm, vorzugsweise Platin, aufgebracht und der zu erreichende laterale elektrische Widerstand anschließend durch erosive Nachbearbeitung getrimmt wird und der Metallfilm in einem letzten Verfahrensschritt passiviert wird, dadurch gekennzeichnet, daß als Substratmaterial Keramik verwendet wird, daß der Metallfilm durch Aufdampfen direkt auf das Substratmaterial aufgebracht und durch Sputterätzen strukturiert wird, und daß abschließend der Metallfilm lediglich mit einer Schutzschicht aus  $\text{SiO}_x$  versehen wird.

3. Verfahren zur Herstellung eines Dünnschichtwiderstandes nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufbringung der Schutzschicht in drei Schritten erfolgt, 1. Beschichten, 2. Waschen, 3. Beschichten.

4. Verfahren zur Herstellung eines Dünnschichtwiderstandes nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der stöchiometrische Index der  $\text{SiO}_x$ -Schutzschicht kleiner oder gleich 1,9 ist.

5. Verfahren zur Herstellung eines Dünnschichtwiderstandes nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Aufbringung sowohl der Haftvermittlerschicht als auch der Schutzschicht in Dünnschichttechnik erfolgt.

6. Dünnschichtwiderstand zum Einsatz in einem Anemometer, bestehend aus einem dünnen elektrisch isolierenden Substrat mit kleiner spezifischer Wärmekapazität, einem auf das Substrat aufgetragenen Metallfilm sowie einer den Metallfilm passivierenden Schutzschicht, dadurch gekennzeichnet, daß das Substrat (5) aus Glas besteht, daß zwischen Substrat (5) und Metallfilm (3, 1, 2) eine Haftvermittlerschicht aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aufgebracht ist, deren Dicke  $d_h$  kleiner als 5% der Metallfilmdicke  $d_f$  ist, und daß der Metallfilm (3, 1, 2) direkt von einer Schutzschicht bedeckt ist, deren Dicke  $d_s$  mindestens 100% der Metallfilmdicke  $d_f$  beträgt.

7. Dünnschichtwiderstand zum Einsatz in einem Anemometer, bestehend aus einem dünnen elektrisch isolierenden Substrat mit kleiner spezifischer Wärmekapazität, einem auf das Substrat aufgetragenen Metallfilm sowie einer den Metallfilm passivierenden Schutzschicht, dadurch gekennzeichnet, daß das Substrat (5) aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik besteht, daß der Metallfilm (3, 1, 2) direkt auf das Substratmaterial aufgebracht ist und daß der Metallfilm direkt von einer Schutzschicht bedeckt ist, deren Dicke  $d_s$  mindestens 100% der Metallfilmdicke  $d_f$  beträgt.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

60

65

- Leerseite -

